ГОСТ 25742.7—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАКА И АМИНОСОЕДИНЕНИЙ В ПЕРЕСЧЕТЕ НА АММИАК

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.721:546.171.1.06:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения аммиака и аминосоединений в пересчете на аммиак

ГОСТ 25742.7—83

Technical methanol-poison. Method for determination of ammonia and aminocompounds mass portion as ammonia

МКС 71.080.60
ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14 декабря 1983 г. № 5889 дата введения установлена

01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения аммиака и аминосоединений в пересчете на аммиак.

Сущность метода заключается во взаимодействии аммиака и аминосоединений, присутствующих в метаноле, с *п*-бензохиноном и измерении оптической плотности полученного раствора.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3811—82.

1. ПРИБОРЫ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с устройством для отсчитывания значений оптической плотности и светофильтром с $\lambda = 490$ нм; рабочая длина кюветы — 50 мм.

Весы лабораторные типа ВЛР-200г или ВЛЭ-200г.

Колба Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 5, 10, 25 и 50 $см^3$.

Аммиак жидкий синтетический по ГОСТ 6221—90.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, х. ч., раствор с массовой долей 30 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,02 %, готовят следующим образом: взвешивают 0,0200 г препарата, растворяют в 80 $см^3$ горячей воды, охлаждают, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$.

Метанол-яд технический по ГОСТ 2222—95, марки А.

п-Бензохинон, ч.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (май 2007 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91).

© Издательство стандартов, 1984
© Стандартинформ, 2007

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление раствора аммиака в метаноле

Раствор аммиака в метаноле концентрации около 0,1 моль/дм^3 готовят насыщением метанола газообразным аммиаком на установке приготовления водных растворов аммиака по ГОСТ 4517—87. Точную концентрацию в приготовленном растворе устанавливают объемным методом (титрование приготовленного раствора аммиака в метаноле раствором серной кислоты в присутствии индикатора — метилового оранжевого). Из раствора установленной точной концентрации аммиака в метаноле готовят 100 см^3 раствора концентрации аммиака в метаноле $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм^3 (раствор А), используя расчетную формулу приготовления разбавленных растворов:

$$N_1 V_1 = N_2 V_2;$$

$$V_1 = \frac{1 \cdot 10^{-4} \cdot 100}{N_1},$$

где N_1 — известная концентрация вещества в растворе, моль/дм^3;

V_1 — объем раствора известной концентрации вещества, см^3;

N_2 — требуемая концентрация вещества в растворе, моль/дм^3;

V_2 — объем раствора требуемой концентрации вещества, см^3.

Допускается использовать водный аммиак с последующим разбавлением его метанолом для приготовления раствора концентрации 0,1 моль/дм^3. Для этого в колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,8 см^3 водного раствора аммиака, доводят до метки метанолом и перемешивают. Концентрацию аммиака в приготовленном растворе определяют объемным методом. Из данного раствора готовят раствор концентрации аммиака в метаноле $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм^3, используя расчетную формулу приготовления разбавленных растворов.

2.2. Приготовление раствора *п*-бензохинона в метаноле

п-Бензохинон, раствор в метаноле, готовят следующим образом: 1,0800 г свежевозогнанного *п*-бензохинона взвешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в метаноле и доводят метанолом до метки (раствор Б).

2.3. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 вносят 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0; 50,0 см^3 раствора А и доводят до метки метанолом. Концентрация аммиака в полученных растворах равна соответственно: $1 \cdot 10^{-6}$; $2 \cdot 10^{-6}$; $5 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$ и $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм^3.

К 50 см^3 каждого раствора прибавляют по 1 см^3 перекиси водорода, перемешивают и вносят по 1 см^3 раствора Б, выдерживают 10—15 мин при комнатной температуре и измеряют оптическую плотность относительно контрольного раствора, приготовленного следующим образом: к 50 см^3 метанола добавляют 1 см^3 перекиси водорода, 1 см^3 раствора Б и перемешивают.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию аммиака в моль/дм^3, по оси ординат — оптическую плотность.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. К 50 см^3 анализируемого метанола прибавляют 1 см^3 перекиси водорода, тщательно перемешивают, добавляют 1 см^3 раствора Б, выдерживают 10—15 мин при комнатной температуре и фотометрируют относительно контрольного раствора, который готовят следующим образом: к 51 см^3 анализируемого метанола прибавляют 1 см^3 раствора Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю аммиака и аминосоединений в пересчете на аммиак (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 17 \cdot 100}{\rho_4^{20} \cdot 1000},$$

где C — концентрация аммиака и аминосоединений, найденная по градуировочному графику, моль/дм^3;

17 — молекулярная масса аммиака, г;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,000003 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — 25 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат округляют до той степени точности, с которой задана норма.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.М. Капустина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 01.06.2007. Подписано в печать 25.06.2007. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,30. Тираж 122 экз. Зак. 509.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru